

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-046905

(43)Date of publication of application : 28.02.1987

(51)Int.Cl.

C01B 13/24  
// C01F 5/04  
C01F 7/42

(21)Application number : 60-185818

(71)Applicant : RES DEV CORP OF JAPAN  
HIRAYAMA TSUKASA  
IIJIMA SUMIO

(22)Date of filing : 26.08.1985

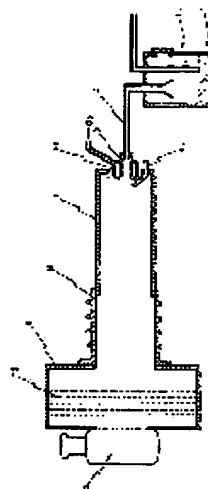
(72)Inventor : HIRAYAMA TSUKASA  
IIJIMA SUMIO

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR PRODUCING ULTRAFINE OXIDE PARTICLES

## (57)Abstract:

PURPOSE: To easily produce ultrafine oxide particles with extremely high efficiency with an extremely simple device by burning metallic powder in oxygen (contg. gas).

CONSTITUTION: A carrier gas ejected from a nozzle 11 forces the metallic gas in a powder storage vessel 1 to solar up and conveys the powder by the gaseous flow through a transport pipe 2. The gas is then ejected from a combustion nozzle 3 into a combustion pipe 4. The oxygen can be further replenished thereto through an oxygen nozzle 61 provided to the periphery of the nozzle 3. The smoke-like ultrafine oxide particles are formed when the metallic powder ejected into the combustion pipe 4 is ignited and burned by a pilot burner 41 attached to the pipe 4. The formed ultrafine oxide particles are collected by the collector 5. The quality of the ultrafine oxide particles obtd. by such extremely simple device is approximately equal to the quality of the particles obtd. by the conventional dry process. The production of the ultrafine oxide particles with the extremely high efficiency is thus made possible without using costly raw material, device and fuel.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 特許公報(B2)

平5-77601

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭公告 平成5年(1993)10月27日

C 01 B 13/32

8516-4G

C 01 F 5/04

9040-4G

7/42

9040-4G

発明の数 2 (全3頁)

⑮発明の名称 酸化物超微粒子の製造方法及び装置

審判 平3-17024

⑯特願 昭60-185818

⑰公開 昭62-46905

⑱出願 昭60(1985)8月26日

⑲昭62(1987)2月28日

⑳発明者 平山 司 愛知県尾張旭市緑町緑ヶ丘100番地3

㉑発明者 飯島 澄男 愛知県名古屋市中天白区天白町大字平針字神田463-1

㉒出願人 新技術事業団 東京都千代田区永田町二丁目5番2号

㉓出願人 日本電装株式会社 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

㉔代理人 弁理士 佐藤 文男

審判の合議体 審判長 加藤 公清 審判官 足立 法也 審判官 唐戸 光雄

㉕参考文献 特開 昭60-71037(JP, A) 特開 昭60-255602(JP, A)

特公 昭37-8045(JP, B1) 特公 昭38-7707(JP, B1)

特公 昭39-10306(JP, B2)

1

2

## ㉖特許請求の範囲

1 燃焼可能でかつ粒径が1~100 $\mu$ mの範囲にある金属粉末を酸素および/または不活性ガスからなるキャリアガスによつて、連続的に燃焼部へ気流搬送しながら着火手段によつて着火させることにより、爆燃を生じない状態で安定した連続的な燃焼を生じさせ、上記燃焼部で上記気流搬送された燃焼可能な金属粉末を蒸発、酸化させ、酸化物超微粒子を生成させることを特徴とする酸化物超微粒子の製造方法。

2 上記キャリアガスが酸素であることを特徴とする特許請求の範囲第1項の酸化物超微粒子の製造方法。

3 上記キャリアガスが不活性ガスであることを特徴とする特許請求の範囲第1項の酸化物超微粒子の製造方法。

4 原料の燃焼可能な金属粉末を貯蔵する粉体貯蔵槽、一端が該粉体貯蔵槽に連絡して該粉体貯蔵槽からキャリアガスにより気流搬送された燃焼可能な金属粉末を輸送する輸送管、該輸送管の他端に設けられた燃焼ノズル、該燃焼ノズルの近傍に設けられ、該燃焼ノズルから噴出した燃焼可能な金属粉体噴流に着火する着火手段、該燃焼ノ

ズルが一端に配置され、該燃焼ノズルから噴出、着火された燃焼可能な金属粉体をその中で燃焼させる燃焼管、該燃焼管の他端に取り付けられ該燃焼管中で生成した酸化物超微粒子を捕集する捕集器から構成されることを特徴とする酸化物超微粒子製造装置。

## 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、粒径1 $\mu$ m以下の酸化物超微粒子の製造方法と製造装置に関する。

(従来技術)

MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, SiO<sub>2</sub>などの酸化物の粉体は、ファイナセラムックス、複合材料、センサー、触媒、あるいは触媒担体の原料として極めて重要であるが、これらの粉体は通常湿式法で製造する。そのため、一般に粉体粒子の形状は不定形であり、結晶性も悪い。これに対し、金属熔融蒸発法、アーク放電法等の乾式法により製造されるこれらの酸化物の粉体粒子は、粒径が非常に小さく、結晶性も良い。たとえば、 $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉体の場合、従来の湿式法で製造したものは不定形で内部に極めて多数のポアを持つ多孔質体であるのに対し、アーク放電法で生成した $\gamma$

—Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>超微粒子は、ほとんど球形で、極めて結晶性が良い。そのため、表面反応触媒あるいはその担体としての用途に適している。このように、乾式法で製造した酸化物超微粒子には、湿式法により製造した粉体にはない優れた性質が認められるが、これまでに行われた蒸発法においては、いずれも蒸発面積が小さく、その上、酸化物超微粒子を製造する際の雰囲気中に酸素を含む場合がほとんどであり、蒸発表面に蒸気圧の極めて低い酸化物層が形成されるため、ますます多量の蒸発は困難となり、したがって、超微粒子の製造効率が悪く、工業的には適していない。

このように、超微粒子を容易に大量にかつ経済的に生産する方法に関する研究はまだ不十分であり、このことは、現在の超微粒子に関する研究を遅らせているばかりでなく、将来の工業的実用化段階での最大の難関となると言わざるを得ない。

(発明が解決しようとする問題点)

そこで、①蒸発面積を極めて大きくすること、②酸化物層が形成されるスピードと同等以上のスピードで金属を蒸発させるために極めて迅速に原料金属を加熱すること、以上の2点を実現させるべく鋭意研究の結果、従来の蒸発法とは全く別の方法として、金属粉体を酸素あるいは酸素を含むガス中で燃焼させる時、従来の乾式法による場合と同様に良質の酸化物超微粒子が得られ、しかも、従来の方法に比較して極めて高効率で生成できることを発見した。

すなわち、本発明は容易に多量の酸化物超微粒子を経済的に製造する方法と装置を提供することを目的とするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明の酸化物超微粒子製造方法は、燃焼可能でかつ粒径が1~100 $\mu$ mの範囲にある金属粉末をキャリアガスによって、連続的に燃焼部へ気流搬送しながら着火手段によって着火させることにより、酸素または酸素を含む不活性ガス中で爆燃を生じない状態で安定した連続的な燃焼を生じさせ、上記燃焼部で上記気流搬送された燃焼可能な金属粉末を蒸発、酸化させることによって酸化物超微粒子を生成させるものである。

この方法によれば、原料金属粉体の大きさと、生成される酸化物超微粒子の粒径との間には相関関係はないことが実験的に確かめられている。こ

れは原料金属は一端蒸気となり、蒸気の酸化によって酸化物が生成されるためと考えられる。従って、原料金属粉体の大きさは、気流搬送が可能であるという条件から決定され、上記のように1~100 $\mu$ mの範囲のものをを用いればよい。

室温付近の温度では、酸素と接触してもほとんど金属の酸化は進行せず、酸化が進行するのは概略800℃以上であり、特に1200℃以上になると著しい酸化の進行が見られる。このため、キャリアガスとして酸素を用いるのが便利であるが、状況により、搬送間の酸化が問題となるような場合には、不活性ガスあるいは酸素を含む不活性ガスをキャリアガスとして用いてもよい。

連続的に気流搬送される金属粉体流は、着火手段により着火されながら燃焼部に流入することにより、燃焼部では爆燃を生じない状態で安定した連続的な燃焼が生じ、品質が一定した酸化物超微粒子が生成される。

また、本発明の酸化物超微粒子製造装置は、原料の燃焼可能な金属粉体を貯蔵する粉体貯蔵槽、一端が該粉体貯蔵槽に連絡していて該粉体貯蔵槽からキャリアガスにより気流搬送された燃焼可能な金属粉体を輸送する輸送管、該輸送管の他端に設けられた燃焼ノズル、該燃焼ノズルの近傍に設けられ、該燃焼ノズルから噴出した燃焼可能な金属粉体噴流に着火する着火手段、該燃焼ノズルが一端に配置され、該燃焼ノズルから噴出、着火された燃焼可能な金属粉体をその中で連続的に燃焼させる燃焼管、該燃焼管の他端に取り付けられ該燃焼管中で生成した酸化物超微粒子を捕集する捕集器から構成される。

(実施例)

図面は本発明による酸化物超微粒子製造装置の縦断面図を示すものであり、主として、粉体貯蔵槽1、一端が粉体貯蔵槽1に連絡していて粉体貯蔵槽1からキャリアガスにより気流搬送された金属粉体を輸送する輸送管2、輸送管2の他端に設けられた燃焼ノズル3、該燃焼ノズルから連続的に噴出した燃焼可能な金属粉体噴流に着火する着火手段としてのパイロットバーナー41、燃焼ノズル3が一端に配設され、燃焼ノズル3から噴出し、着火された金属粉体をその中で燃焼させる燃焼管4、燃焼管4の他端に取付けられ燃焼管4中で生成した酸化物超微粒子を捕集する捕集器5か

5

6

ら構成されている。

原料の金属粉体は、粉体貯蔵槽 1 内に貯蔵されており、この粉体貯蔵槽 1 中にはノズル 11 を通して酸素、窒素等のキャリアガスが噴出するようになっている。ノズル 11 から噴出したキャリアガスは粉体貯蔵槽 1 中の金属粉体を舞い上げられ、輸送管 2 を通してこの舞い上がった金属粉体を連ぞん適に気流搬送させ、燃焼ノズル 3 から燃焼管 4 中へ噴出させる。この時、燃焼ノズル 3 の周辺に設けられた酸素ノズル 61 を通してさらに酸素を補給することも出来る。そして、燃焼管 4 に取り付けられたパイロットバーナー 41 により、金属粉体噴流は着火されながら燃焼管 4 中に流入し、燃焼管 4 中で爆燃を生じない状態で安定した連続的な燃焼を生じ、金属粉体はその熱により蒸発し、酸化して煙状酸化物超微粒子が生成する。生成した酸化物超微粒子は捕集器 5 で捕集される。なお、捕集器 5 は、燃焼ガスを冷却する冷却部 51、捕集部 52、排気部（ファン）53 を備えている。

#### 実例 1

添付した図面に示す装置により、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  超微粒子を生成した。粉体貯蔵槽 1 に金属アルミニウム粉体を入れ、キャリアガスとして酸素を用いた。また、酸素ノズル 61 を通して適度に酸素を

補給した。捕集部 52 で捕集された白色の粉体を電子顕微鏡と電子線回折で解析したところ、粒径  $0.01\sim 0.2\mu\text{m}$  の球形  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  超微粒子であることがわかった。

#### 5 実施例 2

実施例 1 と同様にして、粉体貯蔵槽 1 に金属マグネシウム粉体を入れ、キャリアガスとして窒素を用いた。酸素ノズル 61 を通して酸素を補給した。捕集部 52 で捕集された白色粉体を実施例 1 と同様に分析したところ、粒径  $0.01\sim 0.1\mu\text{m}$  の  $\text{MgO}$  超微粒子であることがわかった。

#### （発明の効果）

実施例に示されているように、極めて簡単な構成の装置によつて、得られた酸化物超微粒子の品質は従来の乾式法によるものとはほぼ同様であるにもかかわらず、従来の乾式法と比較して極めて高い効率で、しかも、格別高価な原料、装置、燃料を使用することなしに、酸化物超微粒子を製造することができ、酸化物超微粒子を工業的に実用化することが可能になった。

#### 図面の簡単な説明

図面は本発明による酸化物超微粒子製造装置の縦断面図である。

1 ……粉体貯蔵槽、2 ……輸送管、3 ……燃焼ノズル、4 ……燃焼管、5 ……捕集器。

